

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **60-141634**

(43)Date of publication of application : **26.07.1985**

(51)Int.Cl.

C03B 37/018
C03B 20/00
// G02B 6/00

(21)Application number : **58-251949**

(71)Applicant : **SHIN ETSU CHEM CO LTD**

(22)Date of filing : **28.12.1983**

(72)Inventor : **YOKOGAWA KIYOSHI
KAMIYA KAZUO**

(54) PARENT MATERIAL FOR OPTICAL FIBER AND ITS PREPARATION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the titled parent material having exactly controlled core/clad ratio by heaping specified amt. of soot for the second clad on the core/the first clad rod by the flame hydrolysis of a silicon compd., and vitrifying the heaped soot.

CONSTITUTION: (A) Soot for the core and the first clad is prepd. from a compd. to be vitrified by flame hydrolysis. (B) The soot is dehydrated and vitrified, and a rod comprising a core and the first clad is prepd. (C) Specified amt. of soot for the second clad is heaped on the rod comprising the core and the first clad 12 by the flame hydrolysis of an Si compd. (D) The titled parent material is prepd. by vitrifying the soot for the second clad. Since, by this process, the first clad layer is previously prepd., and the second clad layer is then formed, control of the diameter of the core-clad is quite easy, and particular dehydration is unnecessary for the formation of the second clad layer. Therefore, a parent material for optical fiber is prepd. inexpensively.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-141634

⑪ Int. Cl.⁴ 識別記号 庁内整理番号 ⑬ 公開 昭和60年(1985)7月26日
C 03 B 37/018 6602-4G
20/00 7344-4G
// G 02 B 6/00 S-7370-2H 審査請求 未請求 発明の数 2 (全5頁)

⑭ 発明の名称 光ファイバー用母材およびその製造方法

⑮ 特 願 昭58-251949

⑯ 出 願 昭58(1983)12月28日

⑰ 発 明 者 横 川 清 安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社シリ
コン電子材料技術研究所内
⑱ 発 明 者 神 屋 和 雄 安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社シリ
コン電子材料技術研究所内
⑲ 出 願 人 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番1号
⑳ 代 理 人 弁理士 山本 亮一

明 細 書

ファイバー用母材

1. 発明の名称

光ファイバー用母材およびその製造方法

2. 特許請求の範囲

1. コア中心層と該コアをとり囲む第1クラッド層とその第1クラッドの周囲に設けられた合成石英からなる第2クラッド層とからなる光ファイバー用母材

2. 前記第1クラッド層の厚みが第1クラッド層と第2クラッド層との合計厚みに対し3~80%である構造を有する特許請求の範囲第1項記載の光ファイバー用母材

3. 前記第1クラッド層と第2クラッド層が同一の合成石英からなる特許請求の範囲第1項記載の光ファイバー用母材

4. 前記第2クラッド層のOH基量が第1クラッド層よりも多い特許請求の範囲第1項記載の光

5. (イ) 火炎加水分解によりガラスとなり得る化合物からコア-第1クラッド用スートを作る工程、

(ロ) 該スートを脱水・ガラス化し、コアと第1クラッドよりなるロッドを作る工程、

(ハ) 該コア-第1クラッドロッドに、けい素化合物の火炎加水分解により所定量の第2クラッド用スートを堆積させる工程、

および

(ニ) 該第2クラッド用スートをガラス化させる工程、

からなることを特徴とする、コアとクラッドの比が正確にコントロールされた光ファイバー用母材の製造方法

6. 前記第2クラッド用スートを外付CVD法により堆積形成することを特徴とする特許請求の範囲第5項記載の光ファイバー用母材の製造方

法

3. 発明の詳細な説明

本発明は、光ファイバー用母材およびその製造方法に関するものであり、特にコアとクラッドの比が正確にコントロールされた光ファイバー用母材の提供を目的とする。

従来、光ファイバー用母材の製造方法としては、原料ガスを火炎加水分解して作ったコア部形成用ガラス微粒子付着層とその周囲にクラッド部形成用ガラス微粒子を付着させることにより棒状の多孔質ガラス焼結体を形成した後、加熱し透明ガラス化して得たガラス母材を、石英ガラス管中に封じ込み、光ファイバー用母材とする方法が知られている（特開昭55-32716号公報参照）。

光ファイバー用母材に関しては、コアとクラッドの径が正確にコントロールされていることが重要であるが、上記の従来方法（通常ロッドインチュープ法と称されている）では、石英ガラス管の

石英からなる第2クラッド層とからなる光ファイバー用母材。

（光ファイバー用母材の製造方法）

(イ) 火炎加水分解によりガラスとなり得る化合物からコア-第1クラッド用スートを作る工程、

(ロ) 該スートを脱水・ガラス化し、コアと第1クラッドよりなるロッドを作る工程、

(ハ) 該コア-第1クラッドロッドに、けい素化合物の火炎加水分解により所定量の第2クラッド用スートを堆積させる工程、

および

(ニ) 該第2クラッド用スートをガラス化させる工程、

からなることを特徴とする、コアとクラッドの比が正確にコントロールされた光ファイバー用母材の製造方法。

径、肉厚が必ずしも十分な精度を有するものではなく、最終的に目的の寸法になる管を選択するか、あるいは逆に石英管に合うようにガラス母材（ロッド）を所定の径になるように延伸調整することによりコアとクラッドの径をコントロールする方法がとられていた。この方法は操作がはな雑であるばかりでなく、規格品を大量生産するうえからも不利であり、他方また市販石英ガラス管は天然水晶を溶融して製造したもので、管中に微小の気泡を含むものであるため、光ファイバーの強度を低下させる原因となっていた。

本発明者らはかかる従来の不利欠点を解決べく鋭意研究した結果、下記の要旨からなる光ファイバー用母材およびその製造方法に関する発明を完成した。

（光ファイバー用母材）

コア中心層と該コアをとり囲む第1クラッド層とその第1クラッドの周囲に設けられた合成

本発明によればつぎの諸利点が与えられる。

- 1) 本発明の前記(ロ)工程で得られたコア-クラッドロッドに関し、そのコア径およびクラッド径をあらかじめ測定したうえで、必要な量の第2クラッド層^を形成（堆積）させるため、きわめて寸法精度の高いものとなる。特にシングルモードファイバーにおいては、このコア-クラッド径は

$$\lambda_0 = \frac{2\pi a}{2.405} \sqrt{n_1^2 - n_2^2}$$

λ_0 : カットオフ波長、 a : コア径、

n_1 : コアの屈折率、

n_2 : クラッドの屈折率

で表されるカットオフ波長を設計値に合わせることも重要であるが、この点本発明によればきわめてよく一致する。

- 2) 最外層（第2クラッド層）が外付CVD法により形成された合成石英からなるため、微小な

気泡は含まず、引張強度の大きな光ファイバーが得られる。

- 3) 前記(ロ)工程で得られたコアクラッドロッドに関し、母材としての特性の評価を行なうことにより、不合格品を次工程〔(イ)工程〕に送る前にチェックできることから、製造上のロスを最小限に抑えることができる。
- 4) コアと第1クラッドとの界面はもちろんのこと、第1クラッドと第2クラッドとの界面もその第2クラッドがスート堆積により形成されるため、気泡を含まずきわめて低損失化が可能となる。
- 5) コアクラッドロッドに第2クラッド層を堆積させるため、クラッド厚みは一様に成長させることができ、ロッドインチューブ法に比較してコアクラッド偏心率のきわめて小さな母材が得られる。

して酸化あるいは加水分解可能なけい素化合物、ドーパントとしてゲルマニウム化合物、リン化合物などが挙げられ、一般には四塩化けい素、四塩化ゲルマニウム、塩化ホスホリルなどが用いられる。

上記のようにして製造したコアクラッド用スートを次に脱水・ガラス化する〔(ロ)工程〕。この脱水・ガラス化は、従来公知とされている方法、すなわち、ハロゲンあるいはハロゲン化合物の雰囲気中にさらし、焼結温度まで加熱してガラス化(透明化)するという方法により行えばよく、この脱水・ガラス化によりコアクラッドよりなるロッドが得られる。

本発明においては、このコアをとり囲むクラッド層(第1クラッド層)の厚みが、光ファイバー用母材として要求される最終クラッド厚みの3〜80%に調整されていることが望ましい。第1クラッド層の厚さがこれよりも薄い場合には、第1クラッドと第2クラッドとの界面に光のパワーが

つぎに、本発明にかかわる光ファイバー用母材の製造方法について前記した各工程順に説明する。

本発明の方法は、まず、火炎加水分解によりガラスとなり得る化合物からコアクラッド用スートを製造(堆積)する〔(イ)工程〕。このコアクラッド用スートを堆積させる方法としては、コア部となるガラス原料を火炎加水分解して、これにより得られるスートを軸方向に成長させると同時にクラッド部となるスートをコア部の周囲に連続して堆積させる方法、あるいはコア部を形成し、つぎにこのコア部の周囲にクラッド部となるスートを堆積させる方法のいずれでもよく、さらにまた単一のバーナであつても周辺部がきわめて低密度となるように調整された条件で堆積することにより、次のガラス化工程で周辺部のドーパントを揮散させクラッド層を形成する方法であつてもよい。

なお、火炎加水分解によりガラスとなり得る化合物としては、従来公知のものたとえば主成分と

かなり伝搬し、散乱損失等が増加するし、さらに次工程で多量のクラッドを形成せねばならず、このために目標最終厚みの誤差が大きくなる。一方第1クラッド層の厚さが上記上限よりも厚い場合には、特性上からは何ら問題がないのであるが、この第1クラッド層が大量に形成されているため、仮にコア部の分布形状、屈折率差などが不合格であつた場合、製造コストのうえからもロスが大きくなる不利があるほか、第1クラッド層が厚いことに対応して第2クラッド層を必然的に薄くせざるを得ず、この結果第2クラッド層によるコントロール精度が低くなるという不利がある。

第1クラッド層の厚さは上記した理由から望ましくは最終クラッド厚みの3〜80%とされるのであるが、この点をマルチモードファイバーとシングルモードファイバーの個々について述べると次のとおりである。すなわち、マルチモードファイバーにおいては、光パワーのクラッド部への拡

がりが小さいために、第1クラッド層は薄くても十分に有効に作用する。この場合の厚みは最終厚みの3～60%であることが好ましい。一方、シングルモードファイバーにおいてはクラッド層へかなり光パワーが伝がって伝搬するために、第1クラッド層が厚い方が好ましく、最終クラッド厚みに対して10～80%の範囲に調整することが望ましい。

つぎに、上記(ロ)工程により製造されたコアクラッドロッドに、けい素化合物の火炎加水分解により所定量のスートを堆積させる(ハ)工程)。このスート層を形成する方法としては、外付OVD法によればよく、ロッドの周面上にスートを回転させながら堆積させることによりきわめて同心性のよい第2クラッド層が得られる。またこの方法によればロッド回転支持部全体の重量をロードセル等で検知することによつて所定量の付着量にコントロールすることができる。

次にガラス化する(ニ)工程)。このガラス化に際しては特に脱水工程は必須でないが、第1クラッド層が薄く、第2クラッド層のOH基の影響も無視できない場合には前記(ロ)工程と同様な方法で脱水・ガラス化することが望ましい。

以上述べた(イ)～(ニ)工程によつて、コア中心層と該コアをとり囲む第1クラッド層とその第1クラッドの周囲に設けられた合成石英からなる第2クラッド層とから構成された光ファイバー用母材が得られる。なお、一般に第1クラッド層はコア中心層と同様に気相法により合成されたシリカを主成分とし、シリカ単独かあるいはふつ素、ほう素等でシリカよりも屈折率を低くしたものの中から選択されること、およびコア部分と同様に低OH基含有の石英ガラスを主成分とするものであることが望ましい。他方、第2クラッド層については通常第1クラッド層よりもOH基含有量が多いものであつても、伝送損失に及ぼす影響が少な

なお、この第2クラッド層形成にあつて、たとえば特開昭55-116638号に示されている軸付法を採用することも可能であるが、この方法は付着量を正確に検知できないこと、ロッドの中心と第2クラッドの同心性が劣ることなどの点で不利である。

上記スート堆積に先立つてコアクラッドロッドの表面を火炎研磨などの手段でなめらかにすることは望ましいことであり、たとえばブラズマ炎、抵抗炉内で無水の状態で加熱研磨する。

コアクラッドロッドの径が大きすぎ、最終のスート径が大きくなる場合にはあらかじめ前記ロッドを延伸加工して適当な寸法にすることが好ましい。また、ロッドの構造パラメータをあらかじめ測定する方法としては、ロッドの横断面を透過する光の屈折角を測定して、分布形状を非破壊で評価する方法によるのが好ましい。

上記(ハ)工程により所定量堆積させたスートは、

く、差支えない。

本発明によれば、第1クラッド層をあらかじめ形成しつつ第2クラッド層を形成するので、コアクラッド径のコントロールがきわめて容易であり、第2クラッド層形成に当つて特に脱水を必要としないので、目的とする光ファイバー用母材を低コストで製造することができる。

つぎに具体的実施例をあげる。

実施例1.

同心4電管構造の石英バーナの中心部に、 SiO_2 105 ml/分、 GeO_2 20 ml/分、 POCl_3 3 ml/分を搬送用のアルゴンガス370 ml/分と均一混合した原料ガスを、その外側に H_2 2.8 l/分、 Ar 0.6 l/分、 O_2 5.6 l/分の順でそれぞれの管に流して酸水素炎を形成し、ガラス微粒子を形成した。このガラス微粒子を回転移動する出発材に堆積、軸方向に成長させ50 mm ϕ の円柱状のコアクラッド用スートを得た。

このコアクラッド用スートを、周辺部の GeO_2 が揮散するに充分な高濃度の O_2 (20容量%) で処理したのち、 He 雰囲気中でガラス化して、25mmφのガラスロッドを得た。このロッドの屈折率分布は最大屈折率差約1.0%のほぼ二乗分布を示すものであつた。またコア部の径は17.5mmφ、クラッド厚さは3.75mmであつた。

このコアクラッドロッドから50μmコア、125μmクラッドの光ファイバーを作ることができる母材を得るために、さらに外付法によつてスートを堆積させ、約85mmφのスートとしてガラス化し、43.75mmφの光ファイバー用母材を得た。

このようにして得た母材を2100℃の電気炉で加熱溶融し紡糸して外径125μmの光ファイバーを製造したが、このファイバーのコア径の変動幅は50μmに対して±1μm以下であつた。
実施例2.

ロッドを15mmφに延伸したのち外周にスートを付着させ、ガラス化して最終径が51mmφの光ファイバー用母材を得た。

このロッドを2100℃の電気炉で加熱溶融し紡糸して得られた光ファイバーについて、カットオフ波長を測定したところ、1.19μmであり、目標値とよい一致を示した。

実施例1と同様の石英バーナの中心に SiO_2 、20mm/分、 GeO_2 、2mm/分を搬送用のアルゴンガスと共に供給して、コア用スートを堆積させ、さらに予備バーナーでこのスートの側面を連続的に加熱して、20mmφのコア用スートロッドを得た。このスートロッドにさらにガラス原料として SiO_2 のみを含むクラッド用バーナーでクラッドスートを外付し、75mmφのスートを得た。次にこのスートを O_2 濃度0.5%の雰囲気中でガラス化した。この結果、35mmφのガラスロッドが得られ、このうちコア部は8mmφであつた。

カットオフ波長を1.18μmにするためには、

$$\lambda_c = \frac{2\pi a}{2.405} \sqrt{n_1^2 - n_2^2} \quad \text{と実験的に求めら}$$

れた補正係数からコア径の計算値は8.4μmとなる。

ファイバー径125μmのシングルモードファイバーを作るための母材とするため、前記ガラス

特許出願人 信越化学工業株式会社

代理人 弁理士 山 本 亮

